

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Application No. : Not yet assigned
Applicant : Robert FROST, et al.
Filed : March 19, 2004
TC/A.U. : Not yet assigned
Examiner : Not yet assigned
Docket No. : 029082.53212US
Customer No. : 23911
Title : Process for Sterilizing Objects

CLAIM FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. §119

Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

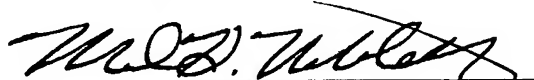
Sir:

The benefit of the filing date of prior foreign application No. 103 14 687.3,
filed in Germany on March 27, 2003, is hereby requested and the right of priority
under 35 U.S.C. §119 is hereby claimed.

In support of this claim, filed herewith is a certified copy of the original
foreign application.

Respectfully submitted,

March 23, 2004



Donald D. Evenson
Registration No. 26,160
Mark H. Neblett
Registration No. 42,028

CROWELL & MORING LLP
Intellectual Property Group
P.O. Box 14300
Washington, DC 20044-4300
Telephone No.: (202) 624-2500
Facsimile No.: (202) 628-8844

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen: 103 14 687.3

Anmeldetag: 27. März 2003

Anmelder/Inhaber: Rüdiger Haaga GmbH, Oberndorf am Neckar/DE

Bezeichnung: Verfahren zum Sterilisieren von Gegenständen

IPC: A 61 L 2/07

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 13. Oktober 2003
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag


Faust

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Application No. : Not yet assigned
Applicant : Robert FROST, et al.
Filed : March 19, 2004
TC/A.U. : Not yet assigned
Examiner : Not yet assigned
Docket No. : 029082.53212US
Customer No. : 23911
Title : Process for Sterilizing Objects

CLAIM FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. §119

Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

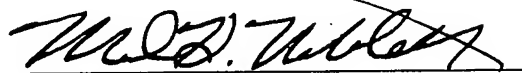
Sir:

The benefit of the filing date of prior foreign application No. 103 14 687.3,
filed in Germany on March 27, 2003, is hereby requested and the right of priority
under 35 U.S.C. §119 is hereby claimed.

In support of this claim, filed herewith is a certified copy of the original
foreign application.

Respectfully submitted,

March 23, 2004



Donald D. Evenson
Registration No. 26,160
Mark H. Neblett
Registration No. 42,028

CROWELL & MORING LLP
Intellectual Property Group
P.O. Box 14300
Washington, DC 20044-4300
Telephone No.: (202) 624-2500
Facsimile No.: (202) 628-8844

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen: 103 14 687.3

Anmeldetag: 27. März 2003

Anmelder/Inhaber: Rüdiger Haaga GmbH, Oberndorf am Neckar/DE

Bezeichnung: Verfahren zum Sterilisieren von Gegenständen

IPC: A 61 L 2/07

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 13. Oktober 2003
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

A handwritten signature in black ink, likely belonging to the President of the German Patent and Trademark Office, is written over the text "Im Auftrag". The signature is stylized and cursive.

Anmelder:

Rüdiger Haaga GmbH
Sonnenhalde 23
78727 Oberndorf

Stuttgart, den 27.03.03
P 42875 DE

- 2 -

Anmelder:
Rüdiger Haaga GmbH
Sonnenhalde 23
78727 Oberndorf

Stuttgart, den 27.03.03
P 42875 DE

Zusammenfassung

Beschrieben wird ein Verfahren zum Sterilisieren von Gegenständen in einer unter Unterdruck stehenden Sterilisationskammer, in die ohne Trägergasstrom ein aus Wasserdampf und Wasserstoffperoxyddampf bestehendes Dampfgemisch eingeführt wird. Das Dampfgemisch setzt sich als schlagartig aufgebrachter Kondensatbelag auf den Oberflächen der zu sterilisierenden Gegenstände und der Sterilisationskammer ab. Anschließend wird der Kondensatbelag durch weiteres Evakuieren der Sterilisationskammer abgesaugt. Erfindungsgemäß werden die Oberflächen der zu sterilisierenden Gegenstände und/oder der Sterilisationskammer auf eine vorgegebene Temperatur vorgewärmt.

Verfahren zum Sterilisieren von Gegenständen

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Sterilisieren von Gegenständen in einer unter Unterdruck stehenden Sterilisationskammer, in die ohne Trägergasstrom ein aus Wasserdampf und Wasserstoffperoxyddampf bestehendes Dampfgemisch eingeführt wird, das sich als schlagartig aufgebrachter Kondensatbelag auf den Oberflächen der zu sterilisierenden Gegenstände und der Sterilisationskammer niederschlägt, wonach der Kondensatbelag durch weiteres Evakuieren der Sterilisationskammer abgesaugt wird.

Ein Verfahren dieser Art ist durch die DE 101 14 758 A1 Stand der Technik. Bei dem bekannten Verfahren wird der Kondensatbelag innerhalb eines Zeitraumes von einigen Zehntelsekunden bis maximal einigen wenigen Sekunden schlagartig aufgebracht, und zwar durch Unterkühlung und daraus folgender Übersättigung der Dampfphase. Dies wird durch ein starkes Druckgefälle zwischen dem Verdampfer und der Sterilisationskammer infolge der Vorevakuierung der Sterilisationskammer erreicht. Auf Grund des schlagartigen Aufbringens des Kondensatbelages wird das Wasserstoffperoxid „aktiviert“, indem die gesamte Verdampfungswärme schlagartig frei wird und das entstandene Kondensat erhitzt, da sie durch Wärmeleitung nicht schlagartig abgeführt werden kann. Durch dieses schlagartige Aktivieren des gebildeten Kondensatbelages wird eine kurze Einwirkzeit für allerhöchste Abtötungsraten erreicht. Die Anmelderin vermutet, dass die Kondensaterhitzung zur Dissoziation führt, die dann die Schädigung der Mikroorganismen bewirkt.

Der hier genannte Erklärungsversuch für den hohen Wirkungsgrad beim Sterilisieren ist dem genannten Stand der Technik in dieser Ausführlichkeit zwar nicht zu entnehmen, lässt sich jedoch aus dem Offenbarungsgehalt ableiten. Die vorliegende Erfindung geht von einem derartigen Sterilisationsverfahren aus.

Es hat sich nun gezeigt, dass beim bekannten Sterilisationsverfahren für dessen Wirtschaftlichkeit die Temperaturverhältnisse eine maßgebliche Rolle spielen. Es hat sich auch gezeigt, dass die Restmenge von Wasserstoffperoxid, die nach dem Abziehen des Kondensates auf den Oberflächen verbleibt, mit den Temperaturen des Verfahrens variiert.

Die Anmelderin vermutet, dass an den Oberflächen der zu sterilisierenden Gegenstände und der Sterilisationskammer eine adsorbierte Wasserstoffperoxid-Wasser-Schicht besteht. Dies dürfte daher rühren, dass die Oberflächen nicht homogen sind, was zu lokalen elektrischen Ladungszentren führt, die an einer Stelle positiv und an anderer Stelle negativ sind. An diesen elektrischen Oberflächenladungen können sich elektrische Dipole anhaften, die beweglich über die Oberflächen hinwegstreifen und sich dabei räumlich nach Maßgabe der Ladungsverteilung auf den Oberflächen ausrichten. Auf Grund dieses Adsorption genannten Vorganges haften die Teilchen auf Grund ihrer entgegengesetzten elektrischen Ladungen aneinander. Im vorliegenden Falle handelt es sich um Wasser- und Wasserstoffperoxid-Moleküle aus einer Dampfphase, die sehr starke Dipole sind und schnell und stark an dargebotenen Oberflächen adsorbieren.

Beim Evakuieren nach dem Aufbringen des Kondensatbelages können nur solche Teilchen abgesaugt werden, die frei herumfliegen. Adsorbierte Teilchen hingegen, im vorliegenden Falle die starken Dipole aus Wasser und Wasserstoffperoxid, hängen hingegen auf Grund der elektrischen Wechselwirkung teilweise an den sterilisierten Oberflächen. Sie werden erst dann von den Oberflächen freigegeben, wenn sie auf Grund der thermischen Bewegungen zufällig einen so heftigen Stoß erhalten, dass dieser die Adsorptionskraft überwiegt.

Der Erfindung liegt nun die Aufgabe zu Grunde, das Verfahren der eingangs genannten Art noch effektiver zu machen.

Die Aufgabe wird dadurch gelöst, dass die Oberflächen der zu sterilisierenden Gegenstände und/oder der Sterilisationskammer auf eine vorgegebene Temperatur vorgewärmt werden.

Durch Erhöhung der Temperatur an den sterilisierten Oberflächen werden die thermischen Bewegungen der Oberflächenatome heftiger gemacht. Natürlich darf die Temperaturerhöhung nicht so stark sein, dass die zuvor stattfindende schlagartige Kondensation beeinträchtigt wird. Es hat sich gezeigt, dass bereits eine recht moderate Erhöhung der Temperatur der zu sterilisierenden Oberflächen genügt, um eine vergrößerte Desorptionsrate und damit bei gleichbleibender Evakuierungszeit eine verringerte Restmenge von Wasserstoffperoxid zu

erhalten. Ein Vorwärmen der Oberflächen im Bereich von 30° bis 54°, vorzugsweise von 34° bis 46°C, erscheint vorteilhaft.

Das erfindungsgemäße Verfahren führt nicht nur zu einer erhöhten Temperatur des aus Sterilisationskammer und der zu sterilisierenden Gegenstände bestehenden Gesamtsystems, sondern erhöht auch den Dampfdruck des Kondensatbelages. Dadurch wird die abzusaugende Masse bei erhöhtem Druck gefördert, was die Dauer des Absaugvorganges erheblich reduziert. Es kann dadurch auf Grund der gesparten Zeit beim Entfernen des Kondensatbelages auf einen tieferen Druck evakuiert werden, was zusätzlich dazu führt, die Restmenge an Wasserstoffperoxid zu reduzieren. Insgesamt führt insbesondere das Vorwärmen der Sterilisationskammer zu einer deutlichen Verfahrensbeschleunigung.

Es sei an dieser Stelle angemerkt, dass die Erfindung keinesfalls Maßnahmen ausschließt, eine noch größere Wirtschaftlichkeit durch zusätzliches Fluten der Sterilisationskammer mit Heißluft oder durch eine nachgeschaltete Heißluftbeaufschlagung der Gegenstände zu erreichen.

Die Erfindung lässt sich durch unterschiedliche Maßnahmen realisieren.

Beispielsweise kann vorgesehen sein, dass die zu sterilisierenden Oberflächen durch installierte Heizelemente vorgewärmt werden. Vorteilhafter erscheint es jedoch, dass die Oberflächen mit Warmluft vorgewärmt werden. Dies braucht sich nicht nur auf die Sterilisationskammer zu beziehen, sondern kann auch die Zuführeinrichtungen zum Einführen der Gegenstände in die Sterilisationskammer umfassen. Wichtig ist es, eine möglichst homogene Temperatur im Inneren der Sterilisationskammer zu erreichen, und kalte Stellen zu vermeiden.

In Ausgestaltung der Erfindung kann als Warmluft ein geregelter steriler Luftstrom dienen. Es gibt Sterilisationsanlagen, bei denen ohnehin ein gegen den Einlauf der Gegenstände gerichteter Steriluftstrom vorhanden sein muss. Wird dieser sterile Luftstrom geregelt geheizt, dann erhält man ohne weitere Maßnahmen eine erhöhte Temperatur der gesamten Sektion, gegebenenfalls einschließlich der Zuführeinrichtungen der Gegenstände in die Sterilisationskammer.

In weiterer Ausgestaltung der Erfindung können die Gegenstände bereits vor deren Einführen in die Sterilisationskammer vorgewärmt werden. Dadurch erübrigt es sich unter Umständen, die Sterilisationskammer selbst zu erwärmen. Eine entsprechende Vorwärmrichtung könnte

unmittelbar vor der Sterilisationskammer installiert werden, so dass die zu sterilisierenden Gegenstände automatisch während ihres Antransportes erwärmt werden.

Die Erfindung im weitesten Sinne ist nicht von der speziellen Ausgestaltung der Sterilisationsanlage abhängig. Die Erfindung kann somit sowohl bei sogenannten Rundläufern als auch bei linearen, zyklisch arbeitenden Maschinen vorteilhaft angewendet werden. Des Weiteren ist die Erfindung unabhängig davon, ob die jeweilige Sterilisationskammer nur einen Gegenstand oder eine Vielzahl von Gegenständen aufnehmen kann.

Weitere Vorteile und Merkmale ergeben sich aus der nachfolgenden Beschreibung einiger schematisch dargestellter Ausführungsbeispiele.

Es zeigen:

Figur 1 eine Anlage für ein erfindungsgemäßes Sterilisationsverfahren mit einer Einrichtung zum Vorwärmen der Oberflächen der zu sterilisierenden Gegenstände und der Sterilisationskammer,

Figur 2 die Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens im Zusammenhang mit einem zusätzlichen Vorwärmen der zu sterilisierenden Gegenstände vor deren Einführen in eine Sterilisationskammer.

Bei den Gegenständen 1 zum Sterilisieren kann es sich beispielsweise um Behälter für Getränke handeln, deren Oberflächen 2 keimfrei gemacht werden sollen. In Figur 1 sind vier solcher Gegenstände 1 in einer evakuierbaren Sterilisationskammer 3 dargestellt. Eine nur gestrichelt angedeutete Transporteinrichtung 4, beispielsweise ein gelochtes Transportband, kann dabei als Auflage dienen.

Die Sterilisationskammer 3 ist über eine Absaugleitung 6 und ein Ventil 7 an eine Vakuumpumpe 5 angeschlossen. Die Sterilisationskammer 3 kann somit auf die für das Verfahren erforderlichen Drücke evakuiert werden.

Der Sterilisationskammer 3 ist ein Verdampfer 10 vorgeschaltet, dem über ein Ventil 9 in Zuluferrichtung A ein flüssiges Gemisch aus Wasser und Wasserstoffperoxid über eine Zuluferreinrichtung 8 zugeführt werden kann. Das entstehende Dampfgemisch wird dann ohne

Trägergasstrom über eine Zuleitung 11 und ein Ventil 12 zu vorgegebener Zeit in die Sterilisationskammer 3 geleitet.

Bei der Anlage nach Figur 1 wird somit zunächst ein Dampfgemisch aus überhitztem Wasserdampf und überhitztem Wasserstoffperoxidampf erzeugt, wobei die Bauart des Verdampfers 10 im Grunde beliebig ist. Die dem Verdampfer 10 zugeführte wässrige Lösung von Wasserstoffperoxid hat eine Konzentration von beispielsweise 30% bis 50%.

Nach dem Evakuieren der Sterilisationskammer 3 und dem nachfolgenden Schließen des Ventils 7 wird nun nach Öffnen des Ventils 12 das überhitzte Dampfgemisch in die Sterilisationskammer 3 eingelassen, wobei sich das Dampfgemisch deutlich unter den Taupunkt abkühlt und an allen ihm zugänglichen Oberflächen 2 der Gegenstände 1 sowie der Innenwandungen der Sterilisationskammer 3 schlagartig kondensiert. Während dieses schlagartigen Kondensierens erfolgt bereits ein schlagartiges Töten der Mikroorganismen, so dass bereits unmittelbar nach der Kondensation oder aber nach nur wenigen Sekunden bereits der Kondensatbelag wieder über die Vakuumpumpe 5, nach Schließen des Ventils 12 und nach Öffnen des Ventils 7, durch weiteres Evakuieren abgesaugt werden kann.

Wie bereits erwähnt, ist es wünschenswert, das Verfahren noch effektiver zu machen, indem etwa das Verfahren insgesamt beschleunigt wird und/oder die in der Sterilisationskammer 3 nach dem Abziehen des Kondensatbelages befindliche Wasserstoffperoxid-Restmenge möglichst klein gemacht wird. Gemäß Figur 1 ist daher zusätzlich eine Heizeinrichtung 14 vorgesehen, mit welcher in der Sterilisationskammer 3 angeordnete Heizelemente 13 verbunden sind. Dadurch lassen sich das Innere der Sterilisationskammer 3 und die Oberflächen 2 der zu sterilisierenden Gegenstände 1 in vorgegebener Weise vorwärmen. Ein Erhöhen der Temperatur der Oberflächen 2 um nur wenige Grad Celsius führt bereits zu einer erheblich vergrößerten Desorptionsrate und damit zu einer erheblichen Reduzierung der in der Sterilisationskammer 3 verbleibenden Restmenge von Wasserstoffperoxid, sowie zu einer deutlich verkürzten Abpumpzeit.

Wie ersichtlich, ist die Sterilisationskammer 3 noch mit einer Zuleitung 15 für steriles Fluggas, beispielsweise Sterilluft, über ein Ventil 16 verbunden. Zur Unterstützung der Reduzierung der Restmenge von Wasserstoffperoxid könnte auch diese Sterilluft beheizt sein.

Bei einem alternativen erfindungsgemäßen Verfahren gemäß Figur 2 ist vorgesehen, die Oberflächen 18 der zu sterilisierenden Gegenstände 17, beispielsweise von PET-Flaschen, bereits

zu erwärmen, bevor die Gegenstände 17 in eine zugehörige Sterilisationskammer 19 eingeführt werden. Dies kann vorteilhaft durch Warmluft, insbesondere einen geregelten sterilen Luftstrom, geschehen.

Bei hier angemerkt, dass die dem eigentlichen Sterilisieren dienenden Einrichtungen, die schon in der Figur 1 beschrieben wurden, bei der Ausführung nach Figur 2 nicht nochmals dargestellt sind.

Nach Figur 2 ist eine Zuliefereinrichtung 20 angedeutet, welche mit Halterungen 21 für die zu sterilisierenden Gegenstände 17 versehen ist. Von dieser Zuliefereinrichtung 20 können in der Halterung B die Gegenstände 17 in eine Position überführt werden, die ein Einführen eines Gegenstandes 17 oder mehrerer Gegenstände 17 in die Sterilisationskammer 19 ermöglicht. Ein einer entsprechenden Halterung versehener Hubboden 22 kann dann die Gegenstände 17 in die Sterilisationskammer 19 entsprechend der Einschubrichtung D befördern und dabei die Sterilisationskammer 19 dichtend abschließen. Nach dem Sterilisieren wird der Hubboden 22 entsprechend der Auszugrichtung E wieder abgesenkt, wonach die Gegenstände 17 in die Halterung B einer Abliefereinrichtung 23 zugeführt werden können. Alle genannten Einrichtungen der Gesamtanlage können sich dabei in einem Gesamtgehäuse 24 befinden.

Zuliefereinrichtung 20, die Abliefereinrichtung 23 sowie das Innere der Sterilisationskammer 19 sind durch eine Zwischenwand 25 gegenüber dem übrigen Gesamtgehäuse 24 abgeteilt, so dass eine Vorkammer 26 für einen geregelten sterilen Luftstrom entsteht. In dieser Vorkammer 26 befindet sich ein Ventilator 27, dem ein nicht dargestellter Motor zugeordnet ist. Der Ventilator 27 ist mit einer Heizung 29 verbunden. Mit Hilfe des Ventilators 27 und der Heizung 29 wird nun ein temperatureregelter Warmluftkreislauf 30 erzeugt, wobei in die Vorkammer 26 mündende Zuluft- und Abluftöffnungen nicht mit dargestellt sind. Die vom Ventilator 27 erzeugte erwärmte Luft wird über einen als Absolutfilter ausgebildeten Sterilfilter 31 durch eine Zwischenwand 25 gegen die Abliefereinrichtung 23 und weiter gegen die Sterilisationskammer 19 geleitet, von wo die Warmluft dann über eine Durchtrittsöffnung 33 wieder in die Vorkammer 26 gelangt.

Durch einen solchen Warmluftkreislauf 30 können die Oberflächen 18 der zu sterilisierenden Gegenstände 17 in der gewünschten Weise vorgewärmt werden, bevor die Gegenstände 17 in die Sterilisationskammer 19 eingeführt werden. Gleichzeitig wird aber auch die Sterilisationskammer durch die Warmluft mit beheizt.

Strichpunkt 34 sind zusätzlich ein Heizregister 34 und ein Gebläse 35 angedeutet, mit denen gegebenenfalls, sofern zur weiteren Steigerung der Effektivität des Verfahrens erwünscht, die als PET-Flaschen dargestellten Gegenstände 17 zusätzlich mit steriler Heißluft ausgeblasen werden können.

In Figur 2 ist links noch strichpunktartig angedeutet, dass alternativ das Gehäuse 24 doppelwandig ausgebildet sein kann und in dem durch die doppelte Wandung gebildeten Raum ein geeignetes Medium, zum Beispiel Wasserdampf oder Heißluft, zirkulieren kann, welches das Innere des Gehäuses 24, insbesondere den Bereich der Sterilisationskammer, vorwärmt. Zu diesem Zweck kann auch die Sterilisationskammer 19 selbst in nicht dargestellter Weise doppelwandig sein.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Sterilisieren von Gegenständen in einer unter Unterdruck stehenden Sterilisationskammer, in die ohne Trägergasstrom ein aus Wasserdampf und Wasserstoffperoxidampf bestehendes Dampfgemisch eingeführt wird, das sich als schlagartig aufgebracht Kondensatbelag auf den Oberflächen der zu sterilisierenden Gegenstände und der Sterilisationskammer niederschlägt, wonach der Kondensatbelag durch weiteres Evakuieren der Sterilisationskammer abgesaugt wird, dadurch gekennzeichnet, dass die Oberflächen der zu sterilisierenden Gegenstände und/oder der Sterilisationskammer auf eine vorgegebene Temperatur vorgewärmt werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Oberflächen durch installierte Heizelemente vorgewärmt werden.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Oberflächen mit Warmluft vorgewärmt werden.
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass als Warmluft ein geregelter steriler Luftstrom dient.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die gesamte Sterilisationskammer vorgewärmt wird.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass einzelne Bereiche der Sterilisationskammer gezielt vorgewärmt werden.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Gegenstände bereits vor deren Einführen in die Sterilisationskammer vorgewärmt werden.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Gegenstände nach dem Absaugen des Kondensatbelages einem kurzzeitig einwirkenden Heißluftstrom ausgesetzt werden.

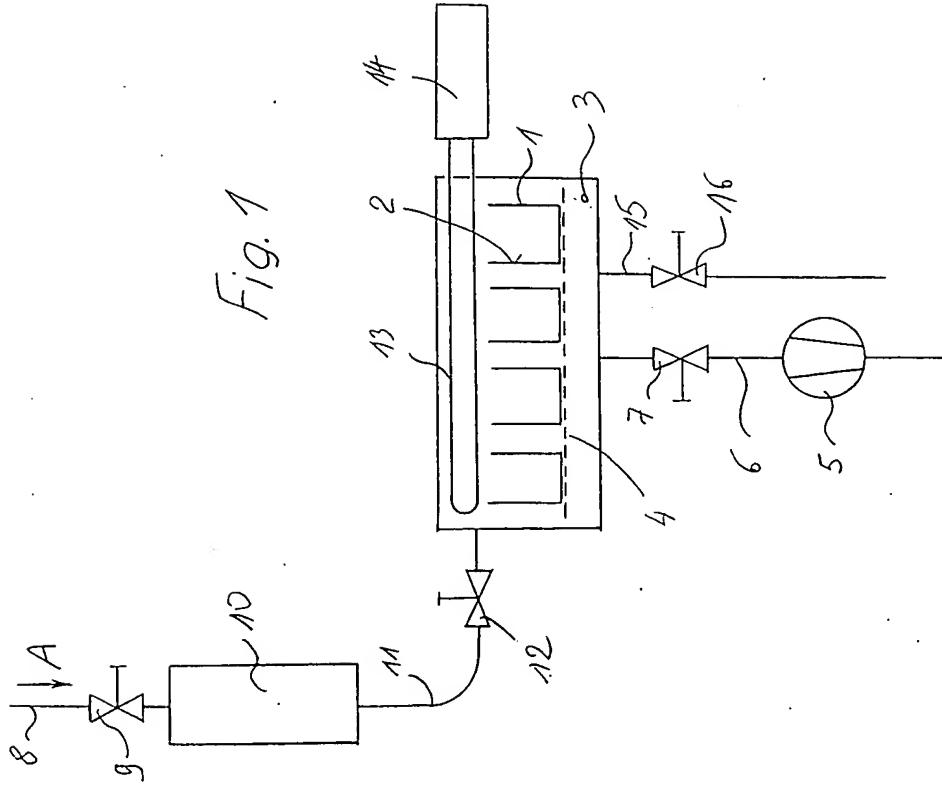


Fig. 2

